

Time-saving process to monitor the integrity of filter bank in sterile systems, e.g. chemical industry uses a combination of diffusion testing and blow-pressure testing

Patent Number: DE19918419
 Publication date: 2000-10-26
 Inventor(s): JORNITZ MAIK (DE)
 Applicant(s): SARTORIUS GMBH (DE)
 Requested Patent: ☐ DE19918419
 Application Number: DE19991018419 19990423
 Priority Number(s): DE19991018419 19990423
 IPC Classification: B01D61/22
 EC Classification: B01D65/10, G01M3/20, G01M3/26, G01N15/08C1
 Equivalents:

Abstract

Microfiltration elements used in parallel are tested for integrity involves using a combination of diffusion testing and blow-pressure testing. The tests take place under the condition that the diffusion arising from the gas flow does not exceed the permissible flow volume at the respective test pressure.

Data supplied from the esp@cenet database - I2



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 199 18 419 A 1**

⑤ Int. Cl.⁷:
B 01 D 61/22

⑳ Aktenzeichen: 199 18 419.4
㉔ Anmeldetag: 23. 4. 1999
㉕ Offenlegungstag: 26. 10. 2000

DE 199 18 419 A 1

㉑ Anmelder:
Sartorius AG, 37075 Göttingen, DE

㉒ Erfinder:
Jornitz, Maik, 37083 Göttingen, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

㉓ Verfahren zur Durchführung eines Integritätstests von Filterelementen

㉔ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Durchführung eines Integritätstests von parallel geschalteten Filterelementen zur Mikrofiltration.
Ihr liegt die Aufgabe zu Grunde, ein Verfahren zur Durchführung eines Integritätstests von Filterelementen mit großer Filterfläche und/oder in großer Anzahl in einem Filtergehäuse aufzufinden, das Integritätsaussagen von hoher Sicherheit liefert und/oder das mit einem reduzierten Aufwand gegenüber Einzelprüfungen jedes Filterelements durchführbar ist. Es wurde gefunden, daß bei Kombination des Diffusionstests und des Blasendrucktests auch dann eindeutige Integrationsaussagen getroffen werden können, wenn der durch Diffusion verursachte Gasfluß den maximal zulässigen Wert des Gasflusses bei dem jeweiligen Testdruck nicht übersteigt.
Das erfindungsgemäße Verfahren ist insbesondere für den Einsatz bei der Überwachung der Integrität von Sterilfiltrationen oder Filtersystemen mit kleiner Porengröße prädestiniert, die vielfältig in den Bereichen der Chemie-, Pharma-, Lebensmittel-, Getränkeindustrie und Biotechnologie angewandt werden.

DE 199 18 419 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Durchführung eines Integritätstests von parallel geschalteten Filterelementen zur Mikrofiltration.

Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich durch eine hohe Effektivität und Sicherheit bei der Ermittlung der Integrität von Filterelementen in Filtrationsanlagen aus, die mit einer großen Anzahl von Filterelementen oder mit großflächigen Filterelementen in einem Filtergehäuse ausgestattet sind. Es ist insbesondere für den Einsatz bei der Überwachung der Integrität von Sterilfiltrationen oder Filtersystemen mit kleiner Porengröße prädestiniert, die vielfältig in den Bereichen der Chemie-, Pharma-, Lebensmittel-, Getränkeindustrie und Biotechnologie angewandt werden.

Mikrofiltrationssysteme, insbesondere zur Sterilfiltration, werden vor und nach der Filtration sogenannten Integritätstests unterworfen, die die Filtrations- und Produktsicherheit gewährleisten sollen. Hierzu gehören der Diffusionstest, der Druckhaltetest und der Blasendrucktest (engl. Bubble Point Test), die auch im Pharmabereich mit besonderen Sicherheitsanforderungen hinsichtlich der Sterilfiltration zugelassen sind. Diese Tests korrelieren mit destruktiven Belastungstests, den sogenannten Bakterien-Challenge-Tests, bei denen mit standardisierten Testkeimen nach standardisierten Testmethoden (ASTM 838-83) der Grad der Sterilfiltration festgestellt wird.

Beim Diffusionstest erfolgt eine Messung des transmembranen, diffusiven Gasflusses (Fick'sches Gesetz) durch ein benetztes Filtermaterial, der sich nach einseitigem Beaufschlagen des Filtermaterials mit einem unter Testdruck stehenden Testgas einstellt. Zur Durchführung des Tests wird ein mit Flüssigkeit wie zum Beispiel Wasser, Alkohol, Produktflüssigkeit benetztes Filterelement, beispielsweise eine Membran-Filterkerze, mit einem unter Prüfdruck stehenden Prüfgas, gewöhnlich Luft oder Stickstoff, beaufschlagt. Die Messung der Gasdiffusion erfolgt durch verschiedene Methoden, wie direkte Messung des Gasvolumens auf der Reinseite oder der auf der Anströmseite des Filtermaterials nachzuliefernden Menge, um den Testdruck aufrecht zu erhalten, oder durch Bestimmen des Druckanstiegs auf der Reinseite oder des Druckabfalls nach Abstellen der Druckgasquelle auf der Anströmseite. Im zuletzt genannten Fall liegt der Druckhaltetest vor.

Beim Blasendrucktest wird ausgenutzt, daß die kapillare Steighöhe in einer Pore eines Filtermaterials direkt proportional zum Durchmesser ist. Das bedeutet, daß zum Leerdücken der Pore ein der kapillaren Steighöhe entsprechender Druck aufgebracht werden muß, und je kleiner die Kapillare ist, um so größer muß der Druck sein. Wenn die ersten und größten Poren frei geblasen werden, tritt ein exponentieller Anstieg des Gasflusses durch diese Poren des Filtermaterials ein.

Während die durch echte Defekte in den Filtermaterialien hervorgerufene Diffusion auf Grund der Größenordnung bei kleinflächigen Systemen eindeutig erkannt werden können, ist dies bei großflächigen Filtersystemen mit vielen parallel geschalteten Filterelementen oder mit Großfilterkerzen, die gegenwärtig Filterflächen von bis zu 36 m² aufweisen, nicht mehr möglich, da erlaubte Diffusionen und durch geringe aber schädliche Defekte hervorgerufene Diffusionen oder freie Gasflüsse von gleicher Größenordnung sind. Deshalb begrenzt beispielsweise die Deutsche Industrienorm DIN 58 356, Teil 2, Membranfilterelemente Druckhalteprüfung, den Druckhaltetest auf Membranfilterelemente mit einer nominalen Porenweite bis maximal 3 µm und einer Filterfläche bis maximal 2 m².

Die DE-OS 39 17 856 offenbart Verfahren zur Ermittlung

einzelner defekter Filterkerzen aus einer Vielzahl von Filterkerzen in einem Filtrationssystem. Dabei wird nach dem sogenannten Mehrpunktdiffusionstest die Diffusion bei mehr als einem Testdruck durchgeführt, und aus der Steigung der erhaltenen Kurve werden Rückschlüsse auf die Integrität der Filterelemente gezogen. In diesem Verfahren wird ausgenutzt, daß die Diffusion bei intakten Filterelementen linear zum angelegten Testdruck steigt (im Bereich bis 80% des Blasendrucks), bei einem defekten Filterelement jedoch überproportional zunimmt. Nachteilig ist, daß nicht immer eindeutige Aussagen getroffen werden können, wenn einzelne Filterelemente eine im Grenzbereich liegende Diffusion aufweisen. Die genannte Offenlegungsschrift offenbart darüberhinaus ein Verfahren zur quasi parallelen Multiplexmessung verschiedener Filtersysteme unterschiedlicher Größe und Porosität durch einen einzigen Prüflauf. Dazu ist jedes System über die abgehende Prüflleitung durch ein Ventil absperrbar und mit einem Drucksensor ausgestattet.

In der DE-OS 41 19 040 wird ein Verfahren zum schnellen Testen des Betriebszustandes einer Vielzahl von parallel geschalteten Filterelementen vorgeschlagen, die sich in einem Filtergehäuse befinden und in eine Vielzahl von absperrbaren Segmenten unterteilt sind. Das Verfahren soll so durchgeführt werden, daß die gesamte Gasdurchflußrate eines unter einem Testdruck stehenden Testgases durch das benetzte Filtermaterial aller Filterelemente kollektiv gemessen und bestimmt wird, ob die gemessene Durchflußrate von einer ersten erwünschten Durchflußrate um einen innerhalb eines ersten voreingestellten Bereichs liegenden Betrag abweicht. Die erwünschte Durchflußrate entspricht der Situation, in der die Filter im intakten Zustand sind. Eine in dem voreingestellten Bereich liegende Abweichung soll anzeigen, daß alle Filterelemente intakt sind.

Nachteilig ist, daß diese Schlußfolgerung nicht eindeutig ist, denn in einem solchen Fall können auch defekte Filterelemente in dem Filtergehäuse vorhanden sein, die mit ihrer unerlaubten erhöhten Diffusion bei der kollektiven Messung der gesamten Durchflußrate nicht festzustellen sind.

Wenn dagegen die gemessene gesamte Durchflußrate die erste erwünschte Durchflußrate um einen Betrag übersteigt, der größer ist, als der durch den ersten voreingestellten Bereich erlaubte Betrag, so soll das bedeuten, daß mindestens ein Filterelement nicht intakt ist. In diesem Fall wird der Gasdurchgang durch mindestens ein Segment gesperrt und die gesamte Gasdurchflußrate durch das benetzte Filtermaterial der restlichen Filterelemente gemessen. Nun soll bestimmt werden, ob diese gemessene Durchflußrate von einer zweiten erwünschten Durchflußrate, die der resultierenden verringerten Anzahl von Filterelementen entspricht, um einen Betrag in einem zweiten voreingestellten Bereich abweicht. Eine Abweichung in dem zweiten voreingestellten Bereich soll anzeigen, daß ein Filterelement oder mehrere Filterelemente in dem gesperrten Segment nicht intakt ist.

Nachteilig ist wiederum, daß auch diese Schlußfolgerung nicht eindeutig ist, denn in einem solchen Fall können auch defekte Filterelemente in den nicht abgesperrten Segmenten vorhanden sein, die mit ihrer unerlaubten erhöhten Diffusion bei der kollektiven Messung der Durchflußrate nicht festzustellen sind. Somit führt das vorgeschlagene Verfahren nicht zwangsläufig zu richtigen Ergebnissen.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zu Grunde, ein Verfahren zur Durchführung eines Integritätstests von Filterelementen mit großer Filterfläche und/oder in großer Anzahl in einem Filtergehäuse aufzufinden, das Integritätsaussagen von hoher Sicherheit liefert und/oder das mit einem reduzierten Aufwand gegenüber Einzelprüfungen jedes Filterelements durchführbar ist.

Die Aufgabe wird durch das Verfahren mit den Merkma-

len des Patentanspruchs 1 gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung werden durch die Kennzeichen der abhängigen Patentansprüche definiert.

Es wurde gefunden, daß bei Kombination des Diffusions- 5 tests und des Blasendrucktests auch dann eindeutige Integritätsaussagen getroffen werden können, wenn der durch Diffusion verursachte Gasfluß den maximal zulässigen Wert des Gasflusses bei dem jeweiligen Testdruck nicht übersteigt.

Das Verfahren wird für Filtrationssysteme durchgeführt 10 mit Filterelementen zur Mikrofiltration, die in einem Filtergehäuse auf mindestens einem Segment mit wenigstens einem Filterelement installiert sind, wobei die Segmente abströmseitig einzeln absperrbar sind, ihre Filterelemente parallel geschaltet und jeweils mit den gleichen Filtermaterialien 15 ausgerüstet sind. In einer der Ausführungsformen der Erfindung ist im einfachsten Fall lediglich ein Segment mit einem Filterelement in dem Filtergehäuse installiert.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren werden immer nur Einheiten mit den geringst möglichen Filterflächen ge- 20 prüft, das heißt, es werden immer nur die Filterelemente auf Integrität geprüft, die sich in einem einzigen Segment befinden. Das stellt eine erste Maßnahme zur Erhöhung der Sicherheit in der Integritätsaussage des Verfahrens dar.

Eine zweite Maßnahme zur Erhöhung der Sicherheit in 25 der Integritätsaussage besteht darin, daß der durch Diffusion hervorgerufene Gasfluß durch die benetzten Filtermaterialien der Filterelemente eines Segments hindurch bei mehr als einem Testdruck durchgeführt wird und verglichen wird, ob einer der gemessenen Werte des Gasflusses einen entsprechenden maximal zulässigen Wert des Gasflusses bei dem jeweiligen Testdruck übersteigt oder nicht, bei dem die 30 Filterelemente des Segments noch integer sind. Aus dem Anstieg der Kurve, bei der die Diffusion gegen den Testdruck aufgetragen ist und einem Vergleich mit dem Anstieg der Kurve für intakte Filterelemente, werden als dritte Maßnahme weitere Anhaltspunkte für den Integritätszustand der Filterelemente des Segments erhalten. Eine vierte Maß- 35 nahme zur Erhöhung der Sicherheit in der Integritätsaussage besteht im Messen des Druckes des Testgases, bei dem eine exponentielle Änderung in dem Gasfluß durch die Filterelemente eines Segments auftritt (Blasendruckpunkt). Bei diesem Druck tritt ein freier Fluß des Testgases durch nicht mehr mit Flüssigkeit gefüllte Poren des Filtermaterials hin- 40 durch auf. Dieser Blasendrucktestschritt ist immer dann durchzuführen, wenn der gemessene Wert des Gasflusses (Diffusion) den maximal zulässigen Wert des Gasflusses (Diffusion) bei dem jeweiligen Testdruck nicht übersteigt.

Insgesamt wird das Verfahren in den folgenden Schritten durchgeführt:

- a) Benetzen des Filtermaterials der Filterelemente mit Flüssigkeit, damit die Poren des Filtermaterials mit der Flüssigkeit gefüllt werden,
- b) Absperrn der Abströmseiten der nicht zu testenden 55 Segmente, wobei nur die Abströmseite des einen Segmentes offen bleibt, dessen Filterelemente getestet werden,
- c) Beaufschlagen der Filterelemente, vorzugsweise der Eingangsseite, mit einem Testgas bei wenigstens einem Testdruck, bei dem im Falle der Integrität der Filterelemente ein durch Diffusion verursachter Gasfluß des Testgases durch das benetzte Filtermaterial erfolgen würde,
- d) Messen des Gasflusses des Testgases durch das be- 60 netzte Filtermaterial der Filterelemente des abströmseitig geöffneten Segments bei dem jeweiligen Testdruck pro Zeiteinheit,

e) Vergleichen der gemessenen Werte des Gasflusses mit einem maximal zulässigen Wert des Gasflusses bei dem jeweiligen Testdruck, bei dem die Filterelemente des abströmseitig geöffneten Segments noch integer 5 sind,

f) Abbrechen des Tests als nicht bestanden, wenn einer der gemessenen Werte des Gasflusses den maximal zulässigen Wert des Gasflusses bei dem jeweiligen Testdruck übersteigt, oder

g) Erhöhen des Testdruckes des Testgases, wenn keiner der gemessenen Werte des Gasflusses den maximal zulässigen Wert des Gasflusses bei dem jeweiligen Testdruck übersteigt, bis eine exponentielle Änderung in dem Gasfluß eintritt, die durch einen freien Fluß des 10 Testgases durch nicht mehr mit Flüssigkeit gefüllte Poren des Filtermaterials hindurch verursacht wird,

h) Messen des Druckes des Testgases, bei dem die exponentielle Änderung in dem Gasfluß eintritt,

i) Vergleichen des gemessenen Wertes des Druckes des Testgases, bei dem die exponentielle Änderung in dem Gasfluß eintritt, mit einem minimal zulässigen Wert eines Druckes, bei dem die Filterelemente des abströmseitig geöffneten Segments noch integer sind, wobei ein Unterschreiten des minimal zulässigen Wertes des Druckes anzeigt, daß wenigstens ein Filterelement dieses Segmentes nicht integer ist, wo aber ein 15 Einhalten oder ein Überschreiten des minimal zulässigen Wertes des Druckes anzeigt, daß alle Filterelemente dieses Segmentes integer sind,

j) Wiederholen der Schritte b) bis f) beziehungsweise bis i) für jeweils ein weiteres Segment solange, bis die Filterelemente sämtlicher Segmente nacheinander auf 20 Integrität getestet wurden

Bei einer der Ausführungsformen der Erfindung wird der Gasfluß des Testgases pro Zeiteinheit indirekt über eine Druckänderung pro Zeiteinheit ermittelt.

Bei einer weiteren Ausführungsform wird der jeweilige Testdruck des Testgases für den diffusiven Gasfluß auf einem konstanten Wert gehalten, wozu durch die Filtermaterialien hindurchdiffundierendes Gas auf der Anströmseite 25 entsprechend nachgeliefert wird.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden als Filtermaterialien mikroporöse Membranfilter verwendet, wobei die Fläche von mehr als zwei m² betragen kann. Dabei hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn die Gesamtfilterfläche der Filterelemente 8 m² nicht übersteigt.

Die mikroporösen Membranfilter, die als Filtermaterialien in den Filterelementen benutzt werden, unterliegen keinerlei Beschränkung hinsichtlich ihres Materials, aus denen sie bestehen. Vorzugsweise handelt es sich um Membranen aus polymeren Werkstoffen. Besonders bevorzugt sind solche, die ausgewählt sind aus der Gruppe der Polyamide, Polysulfone, Cellulose und Cellulosederivate, Polyalkane und ihre Halogenderivate, und Polyacrylnitrile.

Auf Grund der segmentweisen Prüfung der Filterelemente auf Integrität tritt bei Mehrfachfiltergehäusen mit einer großen Anzahl von Filterelementen, die weit über 100 Stück betragen kann, neben der erhöhten Sicherheit in der 30 Integritätsaussage eine deutliche Aufwandsreduzierung ein. Die für die Durchführung des Integritätstests erforderliche Zeit wird reduziert und die zur Filtration zur Verfügung stehende Zeit wird vergrößert.

Die Erfindung soll nun anhand der Figur und der Ausführungsbeispiele näher erläutert werden.

Dabei zeigt die Figur Mehrpunktdiffusionskennlinien bis einschließlich Blasendruckpunkte für zwei Mehrfachfiltergehäuse, die jeweils mit drei 10"-Filterkerzen gemäß dem

Beispiel 3 bestückt sind.

Beispiel 1

Für die Durchführung des Verfahrens wird ein Filtergehäuse verwendet mit einem Segment, auf dem drei 10-Zoll-Filterkerzen (F1, F2, F3) des Typs Sartobran®-P der Sartorius AG installiert sind mit einer verstärkten Doppelmembran der Porengröße 0,45/0,2 µm, die bei einem Testdruck von 2,5 bar und 20°C ein steriles Filtrat mit 100% Rückhaltung von Brevundimonas Diminuta liefern, wenn ihre Durchflußrate für Luft < 18,5 ml/Minute beträgt (Benetzen des Filtermaterials mit Wasser). Unter Berücksichtigung eines Sicherheitsbereichs wird festgelegt, daß die Filterkerzen bis zu einem maximal zulässigen Wert der Diffusionsflußrate von ≤ 15 ml/Minute als integer gelten. Der minimal zulässige Wert des Druckes für Luft als Testgas, bei dem eine exponentielle Änderung in dem Luftfluß eintritt (Blasenpunkt) und bei dem die Filterkerzen als noch integer gelten, beträgt 3,2 bar bei Messung mit dem automatischen Integritätstestgerät Sartocheck®3 der Sartorius AG.

Die frisch aus der Produktion stammenden Filterkerzen weisen in der Regel Luftflußraten zwischen 7 und 12 ml/Minute auf.

Die Filtermaterialien der Filterkerzen F1, F2, und F3 wurden durch 10-minütiges Spülen mit deionisiertem Wasser von 20°C vollständig benetzt, und die Filterelemente wurden mit Luft als Testgas mit einem Testdruck von 2,5 bar beaufschlagt. Der mit dem automatischen Integritätstestgerät Sartocheck®3 kollektiv gemessene Luftfluß (Diffusion) betrug 47,6 ml/Minute. Damit wurde der Integritätstest nicht bestanden, da die maximal erlaubte Gesamtdiffusion 45 ml/min beträgt und eine Druckerhöhung auf den Blasendruckpunkt wird nicht durchgeführt.

Eine Kontrolle der Diffusion jeder einzelnen Kerze ergab dabei, daß zwei der Kerzen eine nicht mehr erlaubte Diffusion von 21,7 und 19 ml/Minute aufwiesen und somit als nicht mehr integer gelten, während die Diffusion der dritten Kerze F3 eine Diffusion von 6,9 ml/Minute hatte, in Summe also 47,6 ml/Minute.

Beispiel 2

Für die Durchführung des Verfahrens wird ein Filtergehäuse verwendet mit zwei Segmenten (S1 und S2), auf denen je drei 10-Zoll-Filterkerzen (F1, F2, F3 und F4, F5, F6) des gleichen Typs wie in Beispiel 1 installiert sind. Die Filtermaterialien der Filterkerzen F1 bis F6 wurden durch 10-minütiges Spülen mit deionisiertem Wasser von 20°C vollständig benetzt, und die Filterelemente wurden mit Luft als Testgas mit einem Testdruck von 2,5 bar beaufschlagt. Nun wurde das Segment S2 abströmseitig abgesperrt und mit dem automatischen Integritätstestgerät Sartocheck®3 kollektiv der Luftfluß durch die Filterkerzen F1, F2 und F3 des Segmentes S1 mit 38,3 ml/Minute gemessen. Da der maximal zulässige Wert des Luftflusses, bei dem die Filterkerzen F1 bis F3 noch integer sind, 45 ml/Minute beträgt, wurde der Testdruck mit dem automatischen Integritätstestgerät Sartocheck®3 so weit erhöht, bis ein exponentieller Anstieg in dem Luftfluß eintrat (Blasenpunkt). Der gemessene Druck, bei dem der exponentielle Anstieg eintrat, betrug 3,1 bar. Da dieser Wert den minimal zulässigen Druckwert von 3,2 bar um 0,1 bar unterschreitet, bedeutet dies, daß mindestens ein Filterelement auf dem Segment S1 nicht integer ist.

Nun wurde das Segment S1 abgesperrt und die Diffusion der Filterkerzen F4 bis F6 im Segment S2 mit 22,4 ml/Minute gemessen. Die Messung des Blasenpunktes ergab einen

Druck von 3,4 bar. Da dieser Wert den minimal zulässigen Druckwert von 3,2 bar um 0,2 bar übersteigt, bedeutet dies, daß alle Filterkerzen des Segments S2 integer sind.

Eine Kontrolle der Diffusion jeder einzelnen Kerze ergab, daß für das Segment S1 die Filterkerze F2 eine nicht mehr erlaubte Diffusion von 16,2 ml/Minute aufwies und somit als nicht mehr integer gilt. Die Diffusion der Filterkerze F2 betrug 10,8 ml/Minute und die der Filterkerze F3 betrug 11,3 ml/Minute. Für das Segment S2 wurden Einzeldiffusionen für F4 mit 7,1, für F5 mit 8,1 und für F6 mit 7,2 ml/Minute individuell gemessen.

Allein durch die Messung des Luftflusses (Diffusion) und ohne Bestimmung des Blasendruckpunktes und dem Vergleich mit den zulässigen Werten, wäre die defekte Filterkerze F2 nicht zu ermitteln gewesen. Erst die Kombination von Diffusionstest und Blasendruckpunkttest liefert ein zuverlässiges Verfahren zu Bestimmung der Integrität von Filterelementen mit großer Filterfläche und/oder in großer Anzahl in einem Filtergehäuse.

Beispiel 3

Zwei Mehrfachfilterkerzengehäuse mit jeweils 3 × 10" Filterkerzen werden mit einem Mehrpunktdiffusionstest getestet. Gehäuse 1 beinhaltet eine 10"-Filterkerze mit einem geringfügigen Defekt. Gehäuse 2 beinhaltet ausschließlich integrale Filterkerzen. Beide Gehäuse werden durch 10-minütiges Spülen mit deionisiertem Wasser von 20°C vollständig benetzt und die Filterelemente einem Mehrpunktdiffusionstest bis zum Blasendruckpunkt auf Integrität getestet. Dabei stellt sich heraus, daß Gehäuse 1 eine erhöhte Mehrpunktdiffusionskennlinie hat als normal üblich. Bei einem Einpunktdiffusionstest, d. h. ein Diffusionstest bei nur einem Testdruck würde diese Erhöhung nicht ermittelt werden und ein Fehler nicht erfaßt werden. Die Mehrpunktdiffusionsmessung bei mehreren, vorher bestimmten Testdrücken ergibt eine Testgrafik in der gezeigt werden kann, daß ein Integritätstestfehler in Gehäuse 1 vorliegt. Dieses ist aus der Figur deutlich zu erkennen. In der Figur entspricht die Druckangabe von 14,5038 psi gleich 1 bar.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Durchführung eines Integritätstests von Filterelementen zur Mikrofiltration, die in einem Filtergehäuse auf mindestens einem Segment mit wenigstens einem Filterelement installiert sind, wobei die Segmente abströmseitig einzeln absperrbar sind, ihre Filterelemente parallel geschaltet und jeweils mit den gleichen Filtermaterialien ausgerüstet sind, das folgende Schritte aufweist:

- a) Benetzen des Filtermaterials der Filterelemente mit Flüssigkeit, damit die Poren des Filtermaterials mit der Flüssigkeit gefüllt werden,
- b) Absperren der Abströmseiten der nicht zu testenden Segmente, wobei nur die Abströmseite des einen Segmentes offen bleibt, dessen Filterelemente getestet werden,
- c) Beaufschlagen der Filterelemente mit einem Testgas bei wenigstens einem Testdruck, bei dem im Falle der Integrität der Filterelemente ein durch Diffusion verursachter Gasfluß des Testgases durch das benetzte Filtermaterial erfolgen würde,
- d) Messen des Gasflusses des Testgases durch das benetzte Filtermaterial der Filterelemente des abströmseitig geöffneten Segments bei dem jeweiligen Testdruck pro Zeiteinheit.

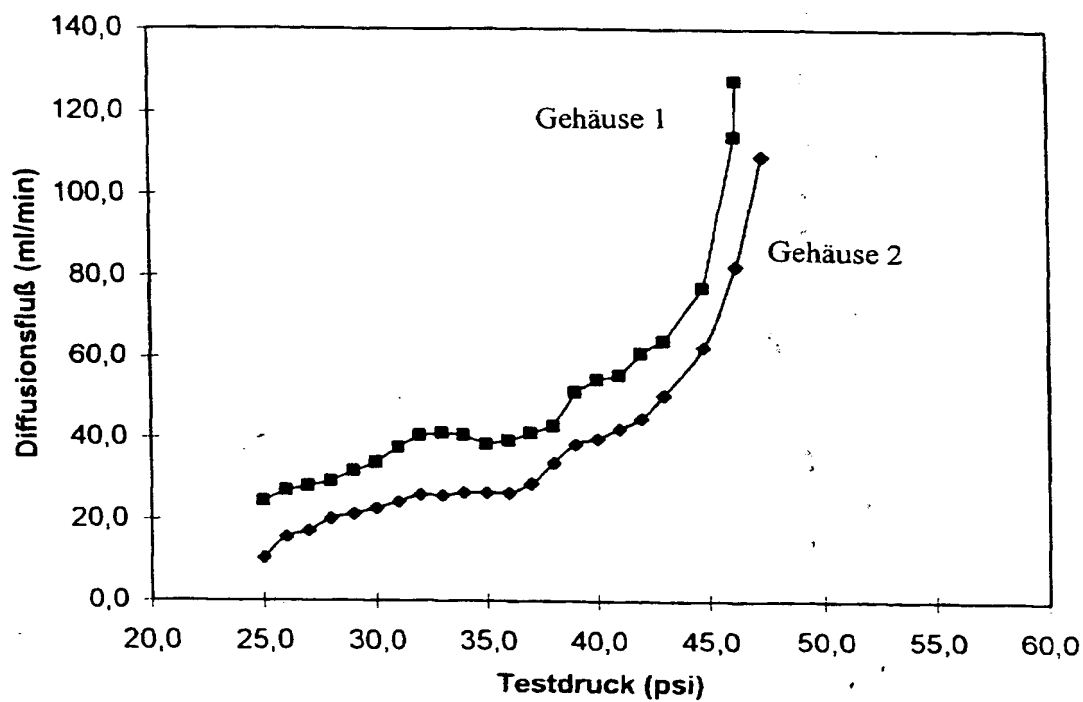
- e) Vergleichen der gemessenen Werte des Gasflusses mit einem maximal zulässigen Wert des Gasflusses bei dem jeweiligen Testdruck, bei dem die Filterelemente des abströmseitig geöffneten Segments noch integer sind. 5
- f) Abbrechen des Tests als nicht bestanden, wenn einer der gemessenen Werte des Gasflusses den maximal zulässigen Wert des Gasflusses bei dem jeweiligen Testdruck übersteigt, oder
- g) Erhöhen des Testdruckes des Testgases, wenn keiner der gemessenen Werte des Gasflusses den maximal zulässigen Wert des Gasflusses bei dem jeweiligen Testdruck übersteigt, bis eine exponentielle Änderung in dem Gasfluß eintritt, die durch einen freien Fluß des Testgases durch nicht mehr mit Flüssigkeit gefüllte Poren des Filtermaterials hindurch verursacht wird. 10 15
- h) Messen des Druckes des Testgases, bei dem die exponentielle Änderung in dem Gasfluß eintritt. 20
- i) Vergleichen des gemessenen Wertes des Druckes des Testgases, bei dem die exponentielle Änderung in dem Gasfluß eintritt, mit einem minimal zulässigen Wert eines Druckes, bei dem die Filterelemente des abströmseitig geöffneten Segments nach integer sind, wobei ein Unterschreiten des minimal zulässigen Wertes des Druckes anzeigt, daß wenigstens ein Filterelement dieses Segmentes nicht integer ist, wo aber ein Einhalten oder ein Überschreiten des minimal zulässigen Wertes des Druckes anzeigt, daß alle Filterelemente dieses Segmentes integer sind. 25 30
- j) Wiederholen der Schritte b) bis f) beziehungsweise bis i) für jeweils ein weiteres Segment solange, bis die Filterelemente sämtlicher Segmente nacheinander auf Integrität getestet wurden. 35
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Gasfluß des Testgases pro Zeiteinheit indirekt über eine Druckänderung pro Zeiteinheit ermittelt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der jeweilige Testdruck des Testgases gemäß Schritt b) auf einem konstanten Wert gehalten wird. 40
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, wobei als Filtermaterialien mikroporöse Membranfilter verwendet werden. 45
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, wobei Filtermaterialien mit einer Fläche von mehr als zwei m² verwendet werden.
6. Verfahren nach Anspruch 5, wobei ein Segment mit einem Filterelement in dem Filtergehäuse installiert wird. 50

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

55

60

65



Figur